

00-22804/A

⑬ 日本国特許庁 (JP)
⑭ 公開特許公報 (A)

① 特許出願公開
昭56—118975

⑤ Int. Cl.³
D 06 P 1/38

識別記号

庁内整理番号
6859—4H

④ 公開 昭和56年(1981)9月18日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

④ セルローズ系繊維の染色方法

① 特 願 昭55—20923
② 出 願 昭55(1980)2月20日
③ 発 明 者 仲松敏夫
茨木市平田一丁目2番40号
④ 発 明 者 大武克誠

奈良県北葛城郡当麻町大字今在家184
⑤ 発 明 者 手塚康男
茨木市舟木町7番3号
⑥ 出 願 人 住友化学工業株式会社
大阪市東区北浜5丁目15番地
⑦ 代 理 人 弁理士 木村勝哉

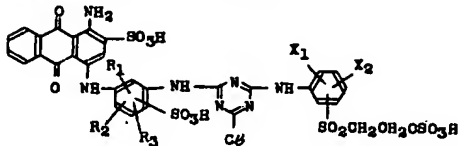
明 細 書

1. 発明の名称

セルローズ系繊維の染色方法

2. 特許請求の範囲

逆電位で下記一般式

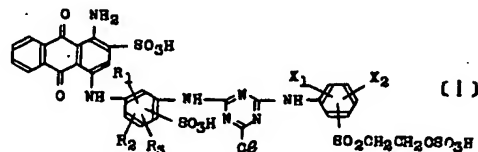


(式中、 R_1 , R_2 , R_3 のうち少なくとも一つはメチル基、他はメチル基または水素原子を換わし、 X_1 , X_2 はそれぞれ水素原子、メチル基、メトキシ基又はスルホン酸基を換わす。)で示される染料を用いることを特徴とするセルローズ系繊維の染色方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はセルローズ系繊維を赤味鮮明な青色に染色する方法に関する。

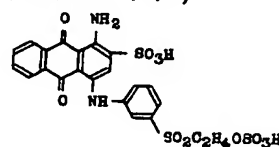
更に詳しくは、本発明は逆電位で下記一般式(I)



(式中、 R_1 , R_2 , R_3 のうち少なくとも一つはメチル基、他はメチル基または水素原子を換わし、 X_1 , X_2 はそれぞれ水素原子、メチル基、メトキシ基又はスルホン酸基を換わす。)

で示される染料を用いることを特徴とするセルローズ系繊維の染色法である。

β -スルファートエチルスルホニル基を有する染料がいわゆるビニルスルホン型反応染料として繊維材料の染色に適用されることは公知である。しかし、 β -スルファートエチルスルホニル基を有するアントラキノン系の代表的な鮮明青色反応染料である下記構造の染料 (O.I. ヴァクティブブルー-19)



は溶解性が十分でなく、特に良好な均染性、ビルドアップ性が要求される吸収染色においてしばしば問題となっていた。

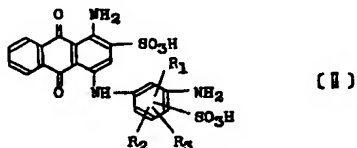
そのため吸収染色において、均染性、ビルドアップ性が特に優れる鮮明青色反応染料の出現が強く要望されている。

β -スルファートエチルスルホニル基と異なるもう一つの代表的な反応基としてモノクロルトリアジニル基を反応基とするアントラキノン系鮮明青色染料も知られているが、これらの反応染料は一般に染色温度に高温を要し、また吸収染色適性に欠けるため染色用に使用されているにすぎず、更に得られた染色物の酸安定性が低いという欠点を有しているため、実用的には決して十分とは言えなかった。

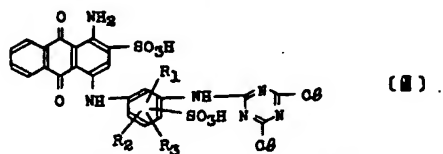
このようなことから本発明者らは特に均染性及びビルドアップ性のすぐれた鮮明青色のビニルスルホン型反応染料を求めて鋭意検討を行なった結果、前記一般式(I)で示される染料、すなわちノ-アミノ-4-プロムアントラキノン

存在下に芒硝または食塩を加えた染浴で比較的低い温度で行なわれる。また、染色法による染色もできる。

本発明の染料は、たとえば次のようにして製造することができる。一般式(II)



(式中、 R_1 , R_2 , R_3 は前記の意味を有する)で示される水溶性化合物に、塩化シアヌルを一次的に縮合させて一般式(II)



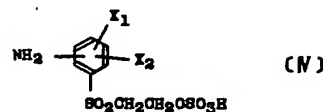
(式中、 R_1 , R_2 , R_3 は前記の意味を有する)で示されるジクロルトリアジニル化合物を得る。ついで、一般式(N)

β -スルホン酸とメチル置換された α -フェニレンジアミンスルホン酸を縮合させた色素母体に、反応基として β -スルファートエチルスルホニル基とモノクロルトリアジニル基を縮合させたアントラキノン染料がすぐれた均染性とビルドアップ性を有することを見い出した。

本発明染料は、従来のビニルスルホン型反応染料が染色温度が若干上がると急激に濃度低下が見られるのに対し、染色温度 $40\sim 80^\circ\text{C}$ の広い範囲で濃度低下を起こさないという特徴を有し、このことは染色加工管理上著しい利点となる。また本発明染料は、高い溶解性を有することより良好な均染性、ビルドアップ性を示す特徴を有している。

本発明において、セルローズ系繊維としては、たとえば木綿、麻、ビスコース人絹、ビスコーススフ等の天然あるいは再生セルローズ繊維をあげることができる。

本発明の染色は、吸収法の場合、炭酸ソーダ、第三リン酸ソーダ、苛性ソーダ等の酸結合剤の

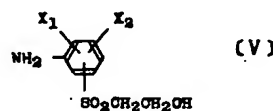


(式中、 X_1 , X_2 は前記の意味を有する)

で示されるアニリン化合物を二次的に縮合させて、一般式(II)で示される染料を得ることができる。

あるいは、塩化シアヌルに一次的に一般式(II)で示されるアニリン化合物を縮合させ、ついで二次的に一般式(II)の水溶性アントラキノン化合物を縮合させることによっても一般式(II)の染料を得ることができる。

あるいは、一般式(M)

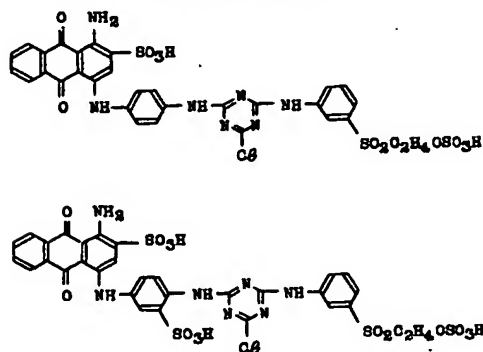


(式中、 X_1 , X_2 は前記の意味を有する)

で示される β -ヒドロキシエチルスルホン体を前記一般式(II)のアニリン化合物の代わりに用い

それぞれ同様の反応を行なった後、最後に硫酸、スルファミン酸などのエステル化剤を用いて通常の方法でエステル化する事により一般式(I)の染料としてもよい。

本発明に近似する染料として、たとえば特公昭37-18/84号公報には下記で示されるアントラキノン系青色染料が記載されている。



本発明染料は、これら公知の染料に比べてアントラキノン系青色染料に特徴的な赤味鮮明青色の色相を示し、更にかどろくべきことに吸収

色物を得られた。

上記染料は次の方法で合成した。

1-アミノ-4-(3-アミノ-2,4,6-トリメチル-5-スルホアニリノ)アントラキノ-2-スルホン酸の2ナトリウム塩26.7部を水80部に溶解し、これを塩化シアヌル9.3部を水75部中に分散した液に0~5℃、pH6~7で約1時間を変して加える。この間反応の進行とともにpHが低下するので炭酸ナトリウムを加えpHを6~7に調整する。その後0~5℃、pH6~7で1時間保温する。ついで1-アミノベンゼン-3-β-ヒドロキシエチルスルホン硫酸エステル14.1部を加えた後、炭酸ナトリウムを用いてpH5~6に調整しながら40℃に昇温し、同温度で5時間攪拌する。この液に塩化ナトリウム50部を加えて結晶を析出させ、ろ過し、洗浄した後、60℃で乾燥して染料(1)を得た。

同様に、下記の染料(2)、(3)

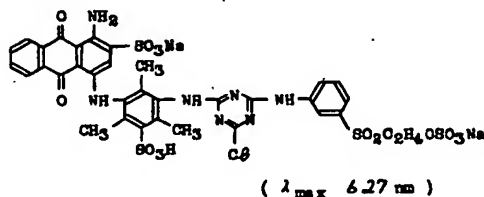
染色において極めて良好なビルドアップ性を有している。また、本発明染料は均染性にすぐれ溶解性も良く、従来のアントラキノン系反応染料が有している欠点が解消された極めて利用価値の高い染料である。

次に本発明方法を実施例によって説明する。

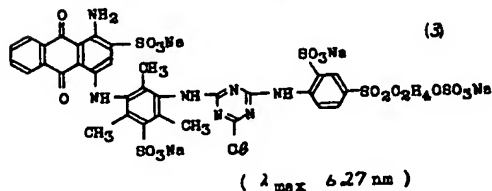
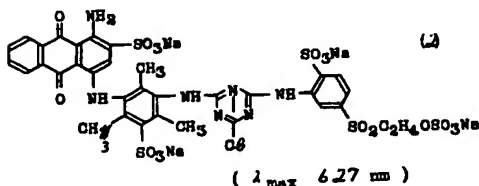
文中、部は重量部を示す。

実施例1

式(1)



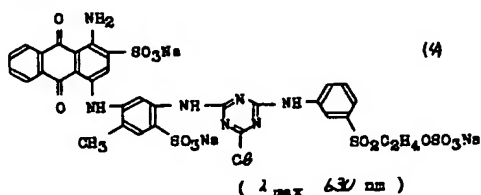
で示される染料0.3部を200部の水に溶解し、芒硝20部を加え、木綿10部を加え40℃に昇温する。ついで30分経過後、炭酸ソーダ4部を加え、同温度で1時間染色する。染色終了後水洗、ソーピングを行なって均染性、ビルドアップ性のすぐれた赤味鮮明青色の染



を用いて、実施例1と同様に染色したところ均染性、ビルドアップ性のすぐれた赤味鮮明青色の染色物を得られた。

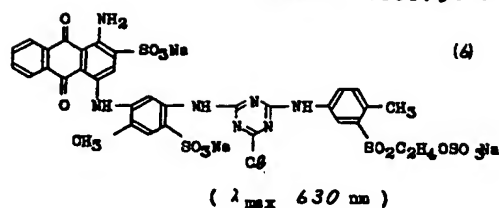
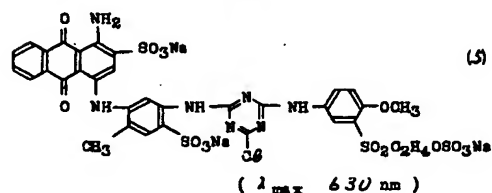
実施例2

式(4)



で示される染料(実施例ノと同じ方法で、ノ
 -アミノ-4-(3-アミノ-2,4,6-
 トリメチル-5-スルホアニリノ)アントラ
 キノン-2-スルホン酸の2ナトリウム塩の
 代わりにノ-アミノ-4-(3-アミノ-6-
 メチル-4-スルホアニリノ)アントラキノ
 ン-2-スルホン酸の2-ナトリウム塩を使用
 して得られる)0.3部を200部の水に溶解し
 芒硝20部を加え、木綿10部を加えて50
 °Cに昇温する。ついで20分経過後、第三リン
 酸ソーダ3部を加える。その温度で1時間
 染色する。染色終了後、水洗ソーピングを行
 なって均染性、ビルドアップ性のすぐれた赤
 味鮮明青色の染色物を得られた。

同様にして、下記染料(5)、(6)



を用いて染色を行なったところ、均染性、ビ
 ルドアップ性のすぐれた赤味鮮明青色の染色
 物を得られた。